

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)09-0114-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.09.024



反相高效液相色谱法同时测定五味香连丸中 10 种成分含量

吴璐叶, 杨正英, 于上林

(中国人民解放军联勤保障部队第九〇〇医院, 福建 福州 350000)

摘要:目的 建立同时测定五味香连丸中盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香炔内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素、芍药苷 10 种成分含量的反相高效液相色谱法。方法 色谱柱为 Waters SunFire C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为含 0.02% 三乙胺的 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调 pH 至 3.5) - 乙腈(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 35 °C, 检测波长为 225 nm, 进样量为 10 μL。结果 盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香炔内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素、芍药苷的质量浓度分别在 6.852~51.39 μg/mL、2.956~22.17 μg/mL、2.918~21.88 μg/mL、4.643~34.82 μg/mL、4.871~36.53 μg/mL、4.007~30.05 μg/mL、4.519~33.89 μg/mL、4.482~33.62 μg/mL、2.724~20.43 μg/mL、2.809~21.07 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r \geq 0.999 2, n = 6$); 定量限分别为 0.66, 0.31, 0.29, 0.45, 0.48, 0.41, 0.42, 0.46, 0.27, 0.28 μg/mL; 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 2.0% ($n = 6$); 回收率分别为 100.36%, 98.74%, 98.71%, 99.67%, 99.86%, 99.59%, 98.70%, 98.38%, 98.25%, 98.72%, RSD 分别为 0.89%, 1.02%, 1.04%, 1.17%, 0.84%, 1.15%, 1.33%, 1.20%, 1.07%, 1.23% ($n = 6$)。3 批样品中上述成分的平均含量分别为 1.165~1.192 mg/g、0.523 1~0.527 6 mg/g、0.499 7~0.501 1 mg/g、0.681 4~0.688 9 mg/g、0.697 7~0.700 2 mg/g、0.606 8~0.613 4 mg/g、0.580 1~0.583 7 mg/g、0.427 7~0.442 2 mg/g、0.410 1~0.416 5 mg/g、0.400 2~0.401 3 mg/g ($n = 2$)。结论 所建立的方法简便可行、结果准确可靠、稳定性好, 可用于同时测定五味香连丸中 10 种成分的含量。

关键词:反相高效液相色谱法; 五味香连丸; 多成分含量测定

Simultaneous Determination of 10 Components in Wuwei Xianglian Pills by RP - HPLC

WU Luyue, YANG Zhengying, YU Shanglin

(The 900th Hospital of the Joint Logistics Support Force of the PLA, Fuzhou, Fujian, China 350000)

Abstract: Objective To establish a reverse - phase high - performance liquid chromatography (RP - HPLC) method for the simultaneous determination of 10 components in Wuwei Xianglian Pills, including berberine hydrochloride, coptisine, palmatine, tetrahydropalmatine, costunolide, dehydrocostuslactone, evodiamine, rutaecarpine, limonin, and paeoniflorin. **Methods** The chromatography column was Waters SunFire C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was 0.02 mol/L potassium dihydrogen phosphate solution containing 0.02% triethylamine (the pH was adjusted to 3.5 with phosphoric acid) - acetonitrile (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the column temperature was 35 °C, the detection wavelength was 225 nm, and the injection volume was 10 μL. **Results** The linear ranges of berberine hydrochloride, coptisine, palmatine, tetrahydropalmatine, costunolide, dehydrocostuslactone, evodiamine, rutaecarpine, limonin and paeoniflorin were 6.852 - 51.39 μg/mL, 2.956 - 22.17 μg/mL, 2.918 - 21.88 μg/mL, 4.643 - 34.82 μg/mL, 4.871 - 36.53 μg/mL, 4.007 - 30.05 μg/mL, 4.519 - 33.89 μg/mL, 4.482 - 33.62 μg/mL, 2.724 - 20.43 μg/mL, and 2.809 - 21.07 μg/mL ($r \geq 0.999 2, n = 6$), respectively. The limits of

第一作者: 吴璐叶, 女, 药师, 研究方向为药物制剂分析与药品标准, (电子邮箱)504670265@qq.com。

- 定及化学计量学的延胡索不同炮制品质量评价[J]. 药物分析杂志, 2022, 42(5): 856 - 865.
- [8] 陈 斯. 延胡索化学成分和药理作用研究进展[J]. 中医药信息, 2021, 38(7): 78 - 82.
- [9] 王凤霞, 钱 琪, 李葆林, 等. 香附化学成分和药理作用研究进展及质量标志物(Q - Marker)预测分析[J]. 中草药, 2022, 53(16): 5225 - 5234.
- [10] 吴 丽, 周书来. 高效液相色谱法测定 3 种含香附制剂中 α - 香附酮含量[J]. 中国药业, 2020, 29(5): 102 - 104.
- [11] 刘爱朋, 郭利霄, 薛紫鲸, 等. 基于指纹图谱和多组分含量测定的蒲公英药材质量控制研究[J]. 中国中药杂志, 2018, 43(18): 3715 - 3721.
- [12] 聂文佳, 徐帅师, 张咏梅. 蒲公英有效成分及其药理作用研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报, 2020, 22(7): 140 - 145.
- [13] 宁 雪, 杨振泳, 王凤文, 等. HPLC 同时测定甘草及其炮制品中 7 种成分的含量[J]. 中药材, 2020, 43(9): 2146 - 2150.
- [14] 陈 佳, 张 权, 杨 蕊, 等. 不同生长年限甘草主要成分含量测定及多元统计分析[J]. 药物分析杂志, 2020, 40(7): 1185 - 1196.
- [15] 刘颖新, 冯传平, 刘利利, 等. 一测多评法同时测定二至丸中 8 个成分[J]. 药物分析杂志, 2021, 41(2): 210 - 218.
- [16] 马昌豪, 李怀伟, 全桂平, 等. 一测多评法同时测定咽炎片中 5 种指标性成分的含量[J]. 中国药房, 2019, 30(16): 2232 - 2236.

(收稿日期: 2023 - 03 - 27; 修回日期: 2023 - 11 - 03)

quantification (LOQ) were 0.66, 0.31, 0.29, 0.45, 0.48, 0.41, 0.42, 0.46, 0.27, 0.28 $\mu\text{g} / \text{mL}$, respectively. The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 2.0% ($n = 6$). The average recoveries of the above 10 components were 100.36%, 98.74%, 98.71%, 99.67%, 99.86%, 99.59%, 98.70%, 98.38%, 98.25%, 98.72%, with RSDs of 0.89%, 1.02%, 1.04%, 1.17%, 0.84%, 1.15%, 1.33%, 1.20%, 1.07%, and 1.23% ($n = 6$), respectively. The average contents of the above 10 components in three batches of samples were 1.165 - 1.192 mg / g , 0.523 1 - 0.527 6 mg / g , 0.499 7 - 0.501 1 mg / g , 0.681 4 - 0.688 9 mg / g , 0.697 7 - 0.700 2 mg / g , 0.606 8 - 0.613 4 mg / g , 0.580 1 - 0.583 7 mg / g , 0.427 7 - 0.442 2 mg / g , 0.410 1 - 0.416 5 mg / g , and 0.400 2 - 0.401 3 mg / g ($n = 2$), respectively. **Conclusion** The established method is convenient and feasible, with accurate and reliable results and good stability, which can be used for the simultaneous determination of 10 components in Wuwei Xianglian Pills.

Key words: RP - HPLC; Wuwei Xianglian Pills; content determination of multi - components

五味香连丸由黄连、木香、延胡索、吴茱萸、白芍5味药材组方,主要用于治疗肠胃湿热引起的腹痛腹泻、红白痢疾、脓血相杂、里急后重等症,疗效确切^[1]。方中,黄连具有清热燥湿、泻火解毒功效,用于肠道炎症及泌尿道感染的活性成分为盐酸小檗碱、巴马汀、黄连碱等生物碱类化合物^[2-3];木香具有芳香健胃、行气止痛功效,用于脾胃气滞证、泻痢等肠胃疾病,主要活性成分为倍半萜类内酯化合物木香烃内酯和去氢木香内酯^[4-5];延胡索具有利气、止痛、活血功效,主要活性成分为延胡索乙素^[6-7];白芍柔肝止痛,主要活性成分为芍药苷^[8];吴茱萸具有散寒止痛、降逆止泻功效,主要用于寒疝腹痛,主要成分为吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素^[9-10]。现行标准仅用薄层色谱法对黄连和木香进行鉴别,无含量测定项。目前,针对五味香连丸的质量研究仅采用高效液相色谱(HPLC)法测定木香中木香烃内酯和去氢木香内酯的含量^[11],以及黄连中盐酸小檗碱的含量^[12],难以全面评价制剂的质量。为此,本研究中采用反相高效液相色谱(RP - HPLC)法同时测定五味香连丸中盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香烃内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷10种成分的含量,为五味香连丸的质量控制提供参考。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent1260型高效液相色谱仪(美国Agilent公司),配有G1314B型可变波长检测器(VWD);XSE - 505型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为0.01 mg);Milli - Q型超纯水处理系统(美国Millipore公司);KQ - 500E型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司,功率为500 W,频率为50 kHz)。

1.2 试剂

盐酸小檗碱对照品(批号为110713 - 202015,纯度为85.9%),黄连碱对照品(批号为112026 - 201802,纯度为94.2%),巴马汀对照品(批号为110732 - 201913,纯

度为85.8%),延胡索乙素对照品(批号为110726 - 202020,纯度为99.3%),木香烃内酯对照品(批号为111782 - 201807,纯度为99.6%),去氢木香内酯对照品(批号为111894 - 202104,纯度为95.1%),吴茱萸碱对照品(批号为110802 - 202111,纯度为99.8%),吴茱萸次碱对照品(批号为110801 - 202109,纯度为99.3%),柠檬苦素对照品(批号为110800 - 201707,纯度为97.9%),芍药苷对照品(批号为110736 - 202246,纯度为96.7%),均购自中国食品药品检定研究院;乙腈、甲醇(色谱纯,德国Merck公司);磷酸二氢钾、三乙胺(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);水为娃哈哈纯净水;五味香连丸(北京同鹤药业有限公司,批号分别为20221126,20230109,20230302,每100粒重3 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[13-15]与系统适用性试验

色谱柱:Waters SunFire C_{18} 柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A) - 含0.02%三乙胺的0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液(B,用磷酸调pH至3.5),梯度洗脱(0~19 min时15%A \rightarrow 25%A,19~32 min时25%A \rightarrow 65%A,32~60 min时65%A \rightarrow 78%A);流速:1.0 mL/min;柱温:35 $^{\circ}\text{C}$;检测波长:225 nm;进样量:10 μL 。理论板数按盐酸小檗碱峰计不低于3 000。取混合对照品溶液适量,按此色谱条件进样测定,结果盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香烃内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素、芍药苷目标峰分离效果良好,分离度均大于1.5。

2.2 溶液制备

混合对照品溶液:取盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香烃内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷对照品各适量,精密称定,加甲醇定容,分别制成每1 mL分别含0.685 2, 0.295 6, 0.291 8, 0.464 3, 0.487 1, 0.400 7, 0.451 9, 0.448 2, 0.272 4, 0.280 9 mg的溶液,作为对照品贮备液。分别精密吸取上述对照品贮备液1.0 mL,置20 mL

容量瓶中,加甲醇定容,摇匀,即得。

供试品溶液:取样品,研细,取2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入90%甲醇溶液50 mL,称定质量,超声处理(功率为500 W,频率为45 kHz)40 min,放冷,再称定质量,用90%甲醇补足减失的质量,摇匀,0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

阴性对照品溶液:按样品处方工艺,分别制备缺黄连、木香、延胡索、吴茱萸、白芍的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液,即得。

2.3 方法学考察

专属性试验:取2.2项下3种溶液各10 μL,按2.1项下色谱条件进样测定。结果供试品溶液色谱中,盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香羟内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷色谱峰保留时间与混合对照品溶液一致,且阴性对照无干扰。色谱图见图1。

线性关系考察与定量限确定:精密吸取2.2项下各单一对照品贮备液0.2, 0.5, 0.8, 1.0, 1.2, 1.5 mL,分别置20 mL容量瓶中,加甲醇定容,按2.1项下色谱条件进样测定,分别以各成分峰面积(Y)为纵坐标、相应质量浓度(X, μg/mL)为横坐标进行线性回归;并逐级稀释混合对照品溶液,以信噪比(S/N)为10:1时的质

表1 线性关系考察与定量限确定结果(n=6)

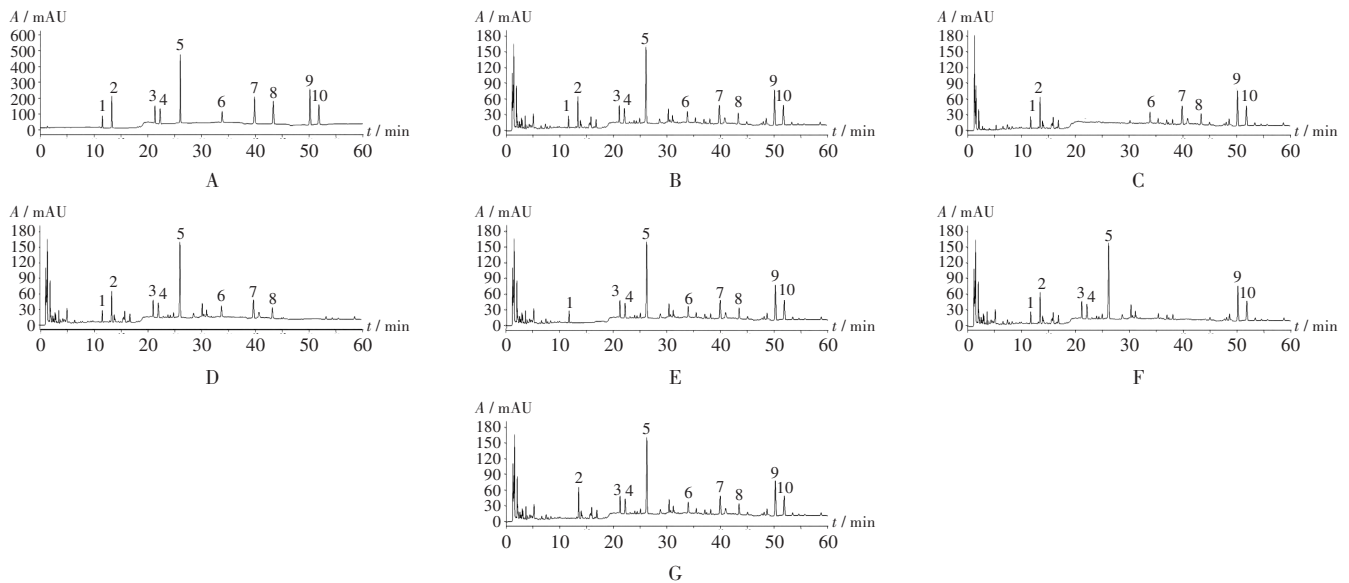
Tab. 1 Results of the linear relation test and determination of LOQ (n = 6)

成分	回归方程	r	线性范围(μg/mL)	定量限(μg/mL)
盐酸小檗碱	$Y=55.67X+7.042$	0.9998	6.852~51.39	0.66
黄连碱	$Y=32.18X-5.917$	0.9995	2.956~22.17	0.31
巴马汀	$Y=21.54X+1.368$	0.9994	2.918~21.88	0.29
延胡索乙素	$Y=19.93X+1.256$	0.9996	4.643~34.82	0.45
木香羟内酯	$Y=39.49X-2.433$	0.9997	4.871~36.53	0.48
去氢木香内酯	$Y=38.06X-1.625$	0.9993	4.007~30.05	0.41
吴茱萸碱	$Y=41.25X-3.121$	0.9994	4.519~33.89	0.42
吴茱萸次碱	$Y=24.42X+4.165$	0.9992	4.482~33.62	0.46
柠檬苦素	$Y=28.79X+2.904$	0.9993	2.724~20.43	0.27
芍药苷	$Y=30.11X+2.013$	0.9996	2.809~21.07	0.28

量浓度为定量限。结果见表1。

精密度试验:精密吸取2.2项下混合对照品溶液适量,按2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香羟内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷峰面积的RSD分别为0.19%, 0.24%, 0.32%, 0.45%, 0.28%, 0.51%, 0.37%, 0.26%, 0.31%, 0.17%(n=6),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取样品(批号为20230109)适量,按



1. 芍药苷 2. 延胡索乙素 3. 黄连碱 4. 巴马汀 5. 盐酸小檗碱 6. 柠檬苦素 7. 吴茱萸碱 8. 吴茱萸次碱 9. 木香羟内酯
10. 去氢木香内酯

A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C - G. 阴性对照品溶液(分别缺黄连、木香、延胡索、吴茱萸、白芍)

图1 反相高效液相色谱图

1. Paeoniflorin 2. Tetrahydropalmatine 3. Coptisine 4. Palmatine 5. Berberine hydrochloride 6. Limonin 7. Evodiamine 8. Rutaecarpine
9. Costunolide 10. Dehydrocostuslactone

A. Mixed reference solution B. Test solution C - G. Negative reference solution (lacking Coptidis Rhizoma, Aucklandiae Radix, Corydalis Rhizoma, Euodiae Fructus, Paeoniae Radix Alba, respectively)

Fig. 1 RP - HPLC chromatograms

2.2项下方法制备供试品溶液,分别于制备0,5,10,20,24,48 h时按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香羟内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷峰面积的RSD分别为0.67%,0.74%,1.02%,0.79%,0.62%,0.81%,0.84%,0.77%,0.93%,0.59%(n=6),表明供试品溶液在室温下放置48 h内稳定性良好。

重复性试验:取同一批(批号为20230109)样品适量,精密称定,按2.2项下方法制备供试品溶液,平行6份,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香羟内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次

碱、柠檬苦素和芍药苷的平均含量分别为1.186 0,0.527 6,0.501 1,0.688 9,0.700 2,0.613 4,0.583 7,0.442 2,0.416 5,0.401 3 mg/g,RSD分别为0.95%,1.24%,1.46%,1.33%,1.17%,1.09%,1.28%,1.52%,1.61%,1.11%(n=6),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品6份,研细,取粉末1.0 g,精密称定,按1:1(m/m)的比例精密加入2.2项下混合对照品溶液,按2.2项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,计算加样回收率。结果见表2。

2.4 样品含量测定

取3批(批号分别为20221126,20230109,20230302)

表2 加样回收试验结果(n=6)
Tab.2 Results of the recovery test (n=6)

成分	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)	成分	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
盐酸小檗碱	1.192	1.027	2.237	101.75	100.36	0.89	去氢木香内酯	0.6164	0.6011	1.228	101.74	99.59	1.15
	1.311	1.027	2.344	100.58				0.6784	0.6011	1.273	98.91		
	1.278	1.027	2.295	99.03				0.6612	0.6011	1.262	99.95		
	1.295	1.027	2.321	99.90				0.6698	0.6011	1.267	99.35		
	1.184	1.027	2.216	100.49				0.6124	0.6011	1.206	98.75		
	1.214	1.027	2.245	100.39				0.6281	0.6011	1.222	98.80		
黄连碱	0.5302	0.5912	1.112	98.41	98.74	1.02	吴茱萸碱	0.5866	0.6778	1.257	98.91	98.70	1.33
	0.5835	0.5912	1.171	99.37				0.6455	0.6778	1.309	97.89		
	0.5687	0.5912	1.149	98.16				0.6292	0.6778	1.287	97.05		
	0.5761	0.5912	1.155	97.92				0.6374	0.6778	1.311	99.38		
	0.5268	0.5912	1.121	100.51				0.5828	0.6778	1.248	98.14		
	0.5402	0.5912	1.120	98.07				0.5977	0.6778	1.281	100.81		
巴马汀	0.5036	0.5836	1.074	97.74	98.71	1.04	吴茱萸次碱	0.4444	0.4482	0.8825	97.75	98.38	1.20
	0.5542	0.5836	1.141	100.55				0.4891	0.4482	0.9308	98.55		
	0.5401	0.5836	1.112	98.00				0.4766	0.4482	0.9256	100.18		
	0.5472	0.5836	1.121	98.32				0.4828	0.4482	0.9277	99.26		
	0.5003	0.5836	1.079	99.16				0.4415	0.4482	0.8768	97.12		
	0.5131	0.5836	1.088	98.51				0.4528	0.4482	0.8894	97.41		
延胡索乙素	0.6923	0.6964	1.375	98.03	99.67	1.17	柠檬苦素	0.4185	0.4086	0.8223	98.83	98.25	1.07
	0.7619	0.6964	1.460	100.24				0.4606	0.4086	0.8620	98.24		
	0.7426	0.6964	1.449	101.44				0.4489	0.4086	0.8461	97.21		
	0.7522	0.6964	1.441	98.91				0.4548	0.4086	0.8555	98.07		
	0.6878	0.6964	1.381	99.54				0.4158	0.4086	0.8129	97.19		
	0.7054	0.6964	1.401	99.89				0.4264	0.4086	0.8349	99.98		
木香羟内酯	0.7037	0.7306	1.437	100.37	99.86	0.84	芍药苷	0.4033	0.4214	0.8243	99.91	98.72	1.23
	0.7744	0.7306	1.509	100.55				0.4438	0.4214	0.8569	98.03		
	0.7548	0.7306	1.481	99.40				0.4326	0.4214	0.8470	98.34		
	0.7646	0.7306	1.488	99.01				0.4382	0.4214	0.8611	100.36		
	0.6991	0.7306	1.422	98.95				0.4007	0.4214	0.8099	97.10		
	0.7170	0.7306	1.454	100.88				0.4109	0.4214	0.8263	98.58		

表3 样品含量测定结果(mg/g, n=2)

Tab. 3 Results of the content determination of 10 components in samples (mg/g, n=2)

批号	盐酸小檗碱	黄连碱	巴马汀	延胡索乙素	木香炔内酯	去氢木香内酯	吴茱萸碱	吴茱萸次碱	柠檬苦素	芍药苷
20221126	1.165	0.523 1	0.499 7	0.681 4	0.697 7	0.606 8	0.580 1	0.439 8	0.410 1	0.400 2
20230109	1.186	0.527 6	0.501 1	0.688 9	0.700 2	0.613 4	0.583 7	0.442 2	0.416 5	0.401 3
20230302	1.192	0.524 5	0.500 8	0.683 2	0.698 9	0.607 5	0.581 6	0.427 7	0.411 3	0.400 9

样品,按2.2项下方法制备供试品溶液,平行2份,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,以外标法计算样品中盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香炔内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷的含量。结果见表3。

3 讨论

3.1 提取方法选择

考察了不同提取方法(浸渍过夜、超声提取、回流提取)、提取时间(30, 40, 50 min),最终确定2.2项下提取方法。

3.2 检测波长选择

对盐酸小檗碱、黄连碱、巴马汀、延胡索乙素、木香炔内酯、去氢木香内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱、柠檬苦素和芍药苷均在200~400 nm波长范围内进行光谱扫描。结果各成分均在225 nm波长附近有最大吸收,基线平稳,且理论板数较高,故检测波长选择225 nm。

3.3 色谱条件选择

考察了甲醇、乙腈有机相和不同比例的磷酸二氢钾溶液组成的流动相系统,发现甲醇体系样品中各成分分离时间较长;乙腈体系中10种待测成分峰形有拖尾现象;添加三乙胺后色谱峰峰形均有改善,当三乙胺体积分数为0.02%时,样品中待测成分色谱峰峰形良好,且各成分均达到完全分离,再增加三乙胺的体积分数,各色谱峰峰形均无明显改善。同时,考察不同色谱柱(Waters SunFire C₁₈柱、Phenomenex Kinetex XB C₁₈柱)、柱温(30, 35, 40 °C)对分离效果的影响。最终确定2.1项下色谱条件。

3.4 样品含量测定结果分析

预试验中,测定了样品中黄连活性成分表小檗碱的含量,发现其含量较低,故未作为本研究中含量测定的指标性成分。由表3可知,同一厂家不同批次产品中10种成分的含量差异较小,含量从大到小依次为盐酸小檗碱>木香炔内酯>延胡索乙素>去氢木香内酯>吴茱萸碱>黄连碱>巴马汀>吴茱萸次碱>柠檬苦素>芍药苷。

3.4 方法评价

本研究中建立了同时测定五味香连丸中10种成分含量的RP-HPLC法,并对3批样品进行了含量测

定,结果显示,10种成分的平均含量在本检测条件下的范围波动较小,质量稳定。该方法简便可行、结果准确可靠、稳定性好,可用于同时测定五味香连丸中10种成分的含量。

参考文献

- [1] WS₃-B-101-92, 中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂(第六册)[S].
- [2] 王佳俊,陈青焱,王建,等. 基于数据挖掘和网络药理学探究含黄连方剂治疗溃疡性结肠炎的配伍规律及作用机制[J]. 中草药, 2021, 52(19): 5984-5995.
- [3] 余玖霞,郭爽,苏联麟,等. 基于高效液相色谱指纹图谱结合化学计量学评价不同产地黄连药材质量[J]. 中国医院用药评价与分析, 2022, 22(10): 1153-1156.
- [4] 郑加梅,尚明越,王嘉乐,等. 木香的化学成分,药理作用,临床应用研究进展及质量标志物预测[J]. 中草药, 2022, 53(13): 4198-4123.
- [5] 杨美礼,王晓玲. 去氢木香炔内酯的药理活性研究进展[J]. 宝鸡文理学院学报(自然科学版), 2021, 41(2): 64-70.
- [6] 吴其国,刘晴,官子静,等. 基于网络药理学的延胡索镇痛活性作用研究[J]. 宜春学院学报, 2022, 44(6): 18-24.
- [7] 陈斯. 延胡索化学成分和药理作用研究进展[J]. 中医药信息, 2021, 38(7): 78-82.
- [8] 闫雪孟,刘世勇,林诚诚,等. 白芍作用机制探究及质量标志物预测[J]. 中医药信息, 2023, 40(2): 45-52.
- [9] 梁靖蓉,麦凤怡,李陈广,等. 吴茱萸碱的药理学研究进展[J]. 中国药理学通报, 2022, 38(10): 1457-1461.
- [10] 陈路,冯世鑫,蒋妮,等. 不同炮制方法对吴茱萸生物碱类有效成分含量的影响[J]. 中国药业, 2021, 30(17): 57-60.
- [11] 严行开,何泽民. HPLC法测定五味香连丸中木香炔内酯和去氢木香内酯的含量[J]. 今日药学, 2008, 18(6): 35-37.
- [12] 郭强. 五味香连丸质量标准研究[J]. 中医临床研究, 2015, 7(23): 12-14.
- [13] 宫玉婷,刘晓倩,陈雅然. 高效液相色谱法测定左金丸和左金胶囊中9种成分含量[J]. 中国药业, 2020, 29(23): 56-59.
- [14] 周丽清. HPLC法同时测定利胆片中6个成分的含量[J]. 海峡药学, 2021, 33(4): 81-84.
- [15] 陈叶青,范晓良,张纯. HPLC-DAD法同时测定延胡索配方颗粒中10个标志性成分[J]. 中国医药导刊, 2022, 24(12): 1246-1252.

(收稿日期:2023-05-20;修回日期:2023-11-15)